

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-008085

(43)Date of publication of application : 13.01.1998

(51)Int.Cl.

C10M173/00  
B21C 9/00  
C10M173/02  
// (C10M173/00  
C10M103:06  
C10M105:24  
C10M101:04  
C10M101:02  
C10M145:28 )  
(C10M173/02  
C10M103:06  
C10M105:24  
C10M105:38  
C10M145:28 )  
C10N 10:02  
C10N 10:04  
C10N 30:06  
C10N 40:24  
C10N 50:02

(21)Application number : 08-181396

(71)Applicant : NIPPON PARKERIZING CO LTD

(22)Date of filing : 21.06.1996

(72)Inventor : MURATA MOTOHARU  
MATSUMURA YOSHIO  
NISHIZAWA YOSHIHIKO  
KOYAMA TAKASHI

## (54) AQUEOUS LUBRICANT FOR COLD PLASTIC WORKING OF METALLIC MATERIAL

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain an aqueous lubricant for cold plastic working of a metallic material as an aqueous system having high lubricity without inducing an environmental problem in comparison with a former lubricating system combining a chemical film treatment such as a phosphate treatment to an oxalate treatment with a reaction-type soap treatment, capable of treating in one process, and easily peeling a film, and further not inducing lowering of scorching property caused by attaching unevenness even when treating large quantities of processing materials by a dipping method.

**SOLUTION:** This aqueous lubricant for cold plastic working of a metallic material in which a solid lubricant and an oil component and respectively uniformly dispersed and emulsified is composed of (A) a water-soluble inorganic salt, (B) a solid lubricant, (C) at least one kind of oil component selected from a mineral oil, an oil and fat of an animal or a plant, (D) a surfactant and (E) water, and has a weight ratio of the solid lubricant to the water-soluble inorganic salt (B/A) of (0.05/1)-(2/1) and a weight ratio of the oil component to the total amount of the water-soluble inorganic salt and the solid lubricant [C/(A+B)] of (0.05/1)-(1/1).

## LEGAL STATUS

|   |            |
|---|------------|
| [Date of request for examination]   | 10.12.2001 |
| [Date of sending the examiner's decision of rejection]  | 19.08.2003 |
| [Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration] |            |
| [Date of final disposal for application]  |            |
| [Patent number]   | 3517522    |
| [Date of registration]  | 30.01.2004 |
| [Number of appeal against examiner's decision of rejection]   | 2003-17847 |
| [Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]  | 16.09.2003 |
| [Date of extinction of right]   |            |

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-8085

(43) 公開日 平成10年(1998) 1月13日

| (51) Int.Cl. <sup>6</sup> | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I            | 技術表示箇所 |
|---------------------------|------|--------|----------------|--------|
| C 1 0 M 173/00            |      |        | C 1 0 M 173/00 |        |
| B 2 1 C 9/00              |      |        | B 2 1 C 9/00   | K      |
| C 1 0 M 173/02            |      |        | C 1 0 M 173/02 |        |
| // (C 1 0 M 173/00        |      |        |                |        |
| 103: 06                   |      |        |                |        |

審査請求 未請求 請求項の数 4 F D (全 9 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平8-181396

(22) 出願日 平成8年(1996) 6月21日

(71) 出願人 000229597

日本パーカライジング株式会社

東京都中央区日本橋1丁目15番1号

(72) 発明者 村田 元治

東京都中央区日本橋一丁目15番1号 日本  
パーカライジング株式会社内

(72) 発明者 松村 由男

東京都中央区日本橋一丁目15番1号 日本  
パーカライジング株式会社内

(72) 発明者 西澤 嘉彦

東京都中央区日本橋一丁目15番1号 日本  
パーカライジング株式会社内

(74) 代理人 弁理士 坂口 昇造

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 金属材料の冷間塑性加工用水系潤滑剤

(57) 【要約】

【課題】 りん酸塩処理やしゅう酸塩処理等の化成皮膜処理と反応型石けん処理とを組み合わせた潤滑システムに代わり、水系で、高潤滑性を有し、上記潤滑システムにおけるような環境面での問題がなく、1工程で処理が可能で、皮膜剥離が容易で、さらには加工材料を浸漬法で大量に処理しても付着ムラによる焼付き性の低下を起こさない、金属材料の冷間塑性加工用水系潤滑剤を提供する。

【解決手段】 (A) 水溶性無機塩、(B) 固体潤滑剤 (C) 鉱油、動植物油脂および合成油から選ばれる少なくとも1種の油成分、(D) 界面活性剤および (E) 水からなり、固体潤滑剤と水溶性無機塩との重量比 (B/A) が 0.05/1~2/1 であり、水溶性無機塩と固体潤滑剤の合計量に対する油成分の重量比 (C/(A+B)) が 0.05/1~1/1 である、固体潤滑剤および油成分が均一にそれぞれ分散および乳化した、金属の冷間塑性加工用水系潤滑剤。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】(A)水溶性無機塩、(B)固体潤滑剤(C)鉱油、動植物油脂および合成油から選ばれる少なくとも1種の油成分、(D)界面活性剤および(E)水からなり、固体潤滑剤と水溶性無機塩との重量比(B/A)が0.05/1~2/1であり、水溶性無機塩と固体潤滑剤の合計量に対する油成分の重量比(C/(A+B))が0.05/1~1/1である、固体潤滑剤および油成分が均一にそれぞれ分散および乳化した、金属材料の冷間塑性加工用水系潤滑剤。

【請求項2】水溶性無機塩が硼砂、四ほう酸カリウムおよび硫酸ナトリウムから選ばれる少なくとも1種である、請求項1記載の金属材料の冷間塑性加工用水系潤滑剤。

【請求項3】固体潤滑剤が金属石けんおよび雲母から選ばれる少なくとも1種である、請求項1記載の金属材料の冷間塑性加工用水系潤滑剤。

【請求項4】水溶性無機塩と固体潤滑剤の合計量に対する油成分の重量比(C/(A+B))が0.1/1~0.8/1である、請求項1記載の金属材料の冷間塑性加工用水系潤滑剤。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、鉄鋼、チタンおよびチタン合金、銅および銅合金、アルミニウムおよびアルミニウム合金等の金属よりなる材料を冷間塑性加工(鍛造、伸管、伸線等)する際に用いられる、金属材料の冷間塑性加工用水系潤滑剤(以下、水系潤滑剤と略記する)に関する。

## 【0002】

【従来の技術】金属材料の塑性加工、例えば、鋼管の冷間引抜き加工では、ダイス、プラグ等の工具と、被加工材料との間に生ずる摩擦を低減し、かじり、あるいは焼き付きの発生を防止し、引抜き加工を容易に行うために、液状の皮膜を形成したり、あるいは固体状の皮膜を形成するような潤滑剤が使用されている。

【0003】この種の潤滑剤のうち、液状潤滑剤の代表的なものは、鉱油、動植物油および合成油等を基油としたいわゆる油系潤滑剤であり、一般に加工装置に組み込まれた潤滑油供給装置から工具もしくは加工材料に直接流しかけるような潤滑法が用いられている。油系潤滑剤が使用されるのは比較的低加工度の場合に多く見られるが、加工度が高い場合には、油の粘度を上昇させたり、固体潤滑剤や極圧添加剤を添加して使用されている。一方、固体皮膜の代表的なものは、加工材料と反応して素地と良く密着したキャリヤ皮膜を形成するいわゆる化成皮膜処理であり、炭素鋼や、低合金鋼では、りん酸亜鉛系の皮膜を形成するりん酸塩皮膜処理が行われ、ステンレス鋼では、しゅう酸鉄系の皮膜を形成するしゅう酸塩皮膜処理が行われている。これらの化成皮膜処理を行っ

た後には通常反応型石けん潤滑処理が行われるが、この様な2工程からなる潤滑処理を行うことにより、化成皮膜のキャリヤ性と反応型石けん潤滑剤による潤滑性とを組み合わせた非常に高い耐焼付き性を示す潤滑方法とすることができる。また、化成皮膜処理後反応型石けん潤滑処理を行う場合には、一般に加工材料は引抜き加工に先立って各々の処理槽に浸漬処理されるが、反応型の処理であるため加工材料同士が線状に接触する部分が多少あっても潤滑剤の付着ムラが少ないので数10本単位でまとめて処理する方式が取られている。

【0004】しかしながら、加工条件の高速化、高圧化要求と環境面、エネルギー面での要求の中で、化成皮膜処理と反応型石けん潤滑処理とを組み合わせる潤滑法と同等もしくはそれ以上の潤滑性能を有し、なおかつ、化成皮膜で見られる問題点、例えば作業環境についての問題(例えば、酸系の処理液を80~90℃の高温で使用するため、処理液の臭気と共にミストが環境を悪化させる)、廃棄物管理についての問題等の環境面での問題や、工程短縮、省エネルギー、省スペース等のコスト面での問題、さらには加工後の皮膜剥離性の問題(通常、アルカリ脱脂および酸洗処理を要する)等を解決する潤滑剤が要求されている。

【0005】これらの問題点に対応すべく油系潤滑剤の場合には、特公平4-1798号公報に、「塩素化パラフィン、磷酸エステル等の極圧剤とイソブチレンとn-ブテンの共重合物と動植物油等を配合した潤滑油に金属石けんや固体潤滑剤を配合した冷間加工用潤滑剤」が開示されている。しかしながら、これらの高性能潤滑油であっても、化成皮膜処理後反応型石けん潤滑処理を行う潤滑法との比較では加工性能にやや難があり、また、極圧剤(=極圧添加剤)を多量に使用しているため、加工時に臭気が発生し、また加工後の軟化焼鈍工程で塩素やリンが材料を腐食するという悪影響が懸念されている。

【0006】また、水系潤滑剤の場合には、湿式のままで使用するものと、乾式皮膜として使用するものがあるが、湿式のままで使用する水系潤滑剤は前記の油系潤滑剤のように工具あるいは加工材料に直接流しかけて使用されるものであり、乾式皮膜として使用する水系潤滑剤とは前記化成皮膜のように処理槽に浸漬処理した後乾燥工程で水分を蒸発させ固体皮膜を得るものである。前者では、特公昭58-30358号公報に記載の「炭酸水素塩(固形物)を主成分とし、これに少量の分散剤と界面活性剤と固体潤滑剤とを加えた金属管の冷間乃至温間加工用潤滑剤」が開示されているが、化成皮膜処理に代わって広く使用されるまでには至っていない。また、後者には、「水溶性高分子またはその水性エマルジョンを基材とし、固体潤滑剤と化成皮膜形成剤とを配合した潤滑被覆用組成物(特開昭52-20967号公報)」や「硼砂を主成分とする皮膜と石灰石けんや金属石けんを組み合わせ、ステンレス鋼線を伸線加工する方法(特開

昭50-147460号公報)」等が示されているが、加工材料を一度に大量に浸漬処理し、その後強制乾燥することにより乾燥皮膜を得る場合には、加工材料の部分的な接触による付着ムラが必ず発生し、その結果、引抜き加工時に焼付きが起りやすくなるという非反応型潤滑剤の大きな欠点を解消するには至っていない。この様に、りん酸塩処理やしょう酸塩処理等の化成皮膜処理と反応型石けん処理とを組み合わせた潤滑システムに代わり、1工程で、加工性能、環境、廃棄物処理、省エネルギー、皮膜剥離性等の要求性能を実現できる潤滑剤は未だ存在しないのである。

#### 【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、かかる要求に應えるべく成されたものであって、りん酸塩処理やしょう酸塩処理等の化成皮膜処理と反応型石けん処理とを組み合わせた潤滑システムに代わり、水系で、高潤滑性を有し、上述のごとき環境面での問題がなく、1工程で処理が可能で、皮膜剥離が容易で、さらには加工材料を浸漬法で大量に処理しても付着ムラによる焼付き性の低下を起こさない、金属材料の冷間塑性加工用水系潤滑剤を提供することを目的とするものである。

#### 【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解消するために鋭意検討した。その結果、素地に良く密着し潤滑成分を工具面に導入する、皮膜形成が可能な物質としての水溶性無機塩を基材とし、これと潤滑成分としての固体潤滑剤と、潤滑成分もしくは潤滑補助物質としての、鉱油、動植物油脂および合成油から選ばれる油成分と、界面活性剤と水からなり、水溶性無機塩、固体潤滑剤および油成分間の使用比率が一定の条件を満足する水系潤滑剤が上記課題を解決するものであることを見出した。すなわち、金属の冷間塑性加工に際しての潤滑剤として上記水系潤滑剤を用いる場合には、浸漬等による処理後の乾燥工程で、金属表面に、固体潤滑剤分散された無機塩の皮膜が形成されると共に、油成分が皮膜の外周部分にブリードして油膜を形成する。この油膜は加工時の初期潤滑に寄与すると共に、加工材料同士の接触部分の固体潤滑剤付着ムラを補い、その結果耐焼付き性が著しく改善される。さらに塑性加工後の金属材料に残存した、潤滑成分を、通常、アルカリ脱脂剤による処理のみで除去することができる。

【0009】かくして本発明は(A)水溶性無機塩、

(B)固体潤滑剤

(C)鉱油、動植物油脂および合成油から選ばれる少なくとも1種の油成分、(D)界面活性剤および(E)水からなり、固体潤滑剤と水溶性無機塩との重量比(B/A)が $0.05/1 \sim 2/1$ であり、水溶性無機塩と固体潤滑剤の合計量に対する油成分の重量比(C/(A+B))が $0.05/1 \sim 1/1$ である、固体潤滑剤および油成分が均一にそれぞれ分散および乳化した、金属の

冷間塑性加工用水系潤滑剤に関する。

#### 【0010】

【発明の実施の形態】以下に、本発明を詳細に説明する。(A)の水溶性無機塩は、本発明の水系潤滑剤によって形成される、金属素地に良く密着した強固な皮膜を構成する本体であって、金属材料の冷間塑性加工のキャリアとして一般に使用される様な水溶性無機塩であれば特に限定されないが、例えば四ほう酸ナトリウム(硼砂)、四ほう酸カリウム、四ほう酸アンモニウム等のほう酸塩、硫酸ナトリウム、硫酸カリウム、硫酸アンモニウム等の硫酸塩、珪酸ナトリウム、珪酸カリウム等の珪酸塩、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム等の硝酸塩等が挙げられ、これらの中では硼砂、四ほう酸カリウムおよび硫酸ナトリウムが好ましい。水溶性無機塩としては上述のごときものを単独でもしくは2種以上組み合わせて用いることができる。

【0011】(B)の固体潤滑剤は、本発明の水系潤滑剤中に均一に分散しており、該水系潤滑剤を加工材料に塗布する際に、付着し、加熱乾燥により水分が蒸発した際に生じる水溶性無機塩からなる皮膜の中に主としてあって、かじりや焼付きの発生防止に寄与する。かかる固体潤滑剤としては、金属材料の冷間塑性加工に際して一般に用いられる様な固体潤滑剤であれば特に限定されないが、例えば金属石けん、雲母、カルシウム化合物、金属硫化物、窒化物、金属酸化物、高分子固体等が挙げられる。金属石けんは脂肪酸と金属との塩である。脂肪酸としては、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘニン酸、ヒドロキシステアリン酸等が挙げられ、これらの中ではステアリン酸が好ましく、金属としてはカルシウム、アルミニウム、マグネシウム、バリウム、亜鉛、鉛、リチウム、カリウム等が挙げられる。かかる金属石けんとしては、ステアリン酸カルシウムが好ましい。雲母としては絹雲母、白雲母、合成雲母等が挙げられ、カルシウム化合物としては水酸化カルシウム、炭酸カルシウム等が挙げられ、金属硫化物としては二硫化モリブデン、二硫化タングステン、二硫化セレン等が挙げられ、窒化物としては窒化ほう素等が挙げられ、金属酸化物としては酸化チタン、酸化亜鉛、シリカ等が挙げられ、高分子固体としてはPTFE、ナイロン、ポリエチレン等が挙げられる。その他、黒鉛、タルク、金属等が挙げられる。これらの固体潤滑剤としては通常粉末状のものを使用する。これらのうち、焼鈍時に障害となる物質を含まず、かつ潤滑性に優れるステアリン酸カルシウム等の金属石けんや雲母が好ましい。固体潤滑剤としては上述のごときものを単独でもしくは2種以上組み合わせて用いることができる。

【0012】(C)の鉱油、動植物油脂および合成油から選ばれる少なくとも1種の油成分は、本発明の水系潤滑剤を金属材料に塗布後、乾燥を経て得られる水溶性無機塩からなる乾燥皮膜上に油膜を形成するためのもので

あり、固体潤滑剤の付着ムラが発生し、耐焼き付き性が低下している部分の潤滑性を補うためのものである。本発明に用いられる油成分は、引火点、融点および粘度が特定範囲のものであることが好ましい。すなわち、引火点は $150\sim 300^{\circ}\text{C}$ であることが好ましい。強加工の冷間塑性加工では、加工後の金属材料の平均温度が $150^{\circ}\text{C}$ 以上に達する場合があるので、油成分の引火点が $150^{\circ}\text{C}$ 未満の場合、加工後、多量のガスが発生、引火する危険性がある。引火点が $300^{\circ}\text{C}$ を超えると一般に粘度が高く、融点が高くなるので、好ましくない。融点は $-20\sim 20^{\circ}\text{C}$ であることが好ましい。融点が $20^{\circ}\text{C}$ を越えると水系潤滑剤中における油の乳化性、再乳化性が低下し処理液の安定性が低下する傾向がある。融点が $-20^{\circ}\text{C}$ 未満の油成分は、一般的に引火点を下げる傾向がある。さらに油成分は $40^{\circ}\text{C}$ での粘度が $5\sim 100\text{cSt}$ であることが好ましい。粘度が $5\text{cSt}$ 未満であると、一般的に引火点が低くなり、加工後、多量のガスが発生し引火する危険性があり、また固体潤滑剤粒子間の滑りが低下するため潤滑性が低下する傾向がある。一方粘度が $100\text{cSt}$ を超えると、水系潤滑剤中における油の分散性、再分散性が低下し水系潤滑剤の安定性が低下する傾向がある。

【0013】鉱油としては、例えばマシン油、タービン油、スピンドル油等を、動植物油脂としては、例えばパーム油、菜種油、椰子油、ひまし油、牛脂、豚脂、鯨油、魚油等を、合成油としては、例えばエステル油（例えば、エチレングリコール、トリメチロールプロパン等の多価アルコールとステアリン酸、オレイン酸等の脂肪酸とのエステル）、シリコン油（例えばポリジメチルシロキサン、ポリジフェニルシロキサン等）等を挙げることができる。本発明で使用する油成分は、上記のごとき鉱油、動植物油脂または合成油各単独またはこれらの2種以上の組み合わせであるが、油成分として上述の引火点、融点および粘度範囲を満たすことが好ましい。なお、油成分の副次的効果として次の効果が挙げられる。すなわち、本発明の水系潤滑剤を金属材料に加温下で塗布する場合、通常、塗布に先立って水系潤滑剤を蒸気加熱管で加温するが、この際固体潤滑剤の加熱管への付着が油成分の存在により防止される。

【0014】(D)の界面活性剤は、本発明の水系潤滑剤中で、上記油成分を水中に均一に乳化させると共に、固体潤滑剤を水中に均一に分散させるためのものである。界面活性剤としては、非イオン性界面活性剤、陰イオン性界面活性剤、両性界面活性剤、陽イオン性界面活性剤のいずれも用いることができる。非イオン性界面活性剤としては、特に限定されないが、例えば、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリエチレングリコールと高級脂肪酸（例えば炭素数 $12\sim 18$ ）から構成されるポリオキシエチレンアルキルエステル、ソルビタンとポリエ

チレングリコール（もしくはエチレンオキシド）と高級脂肪酸（例えば炭素数 $12\sim 18$ ）から構成されるポリオキシエチレンソルビタンアルキルエステル等が挙げられる。陰イオン性界面活性剤としては、特に限定されないが、例えば、脂肪酸塩、硫酸エステル塩、スルホン酸塩、りん酸エステル塩、ジチオリン酸エステル塩等が挙げられる。両性界面活性剤としては、特に限定されないが、例えば、アミノ酸型およびベタイン型のカルボン酸塩、硫酸エステル塩、スルホン酸塩、りん酸エステル塩等が挙げられる。陽イオン性界面活性剤としては、特に限定されないが、例えば、脂肪族アミン塩、第四級アンモニウム塩等が挙げられる。これらの界面活性剤は各単独で、もしくは2種以上組み合わせて用いることができる。

【0015】(E)水は、固体潤滑剤の分散媒体として、また、油成分を界面活性剤を用いて均一に乳化させるときの媒体として、さらに、水溶性無機塩の溶媒として機能する。本発明の水系潤滑剤は、上記した必須成分以外に、通常の、金属の冷間塑性加工用水系潤滑剤に含有させることがある、脂肪酸、高級アルコール等の油性向上剤、塩素系、硫黄系等の極圧添加剤、消泡剤、防腐剤等を含有していても良い。本発明の水系潤滑剤には、また、潤滑性、防錆性の向上を目的に、コロイド状チタン化合物を含有させることができる。コロイド状チタン化合物としては、例えば硫酸とチタンとの化合物またはりん酸とチタンとの化合物等を水酸化ナトリウム等で中和して得られる白濁液が挙げられる。

【0016】本発明の水系潤滑剤においては、固体潤滑剤と水溶性無機塩との重量比(B/A)は $0.05/1\sim 2/1$ であることが必要であり、 $0.1/1\sim 1.5/1$ であることが好ましく、 $0.3/1\sim 1.5/1$ であることがさらに好ましい。具体的には塑性加工する金属材料の形状、加工条件、加工装置等の条件によって設定すれば良い。該重量比が $0.05/1$ 未満であると得られる皮膜の潤滑性が低下し、金属材料にかじりや焼付きが発生する。また該重量比が $2/1$ を超えると得られる皮膜と素地との密着性および皮膜の硬さが低下するため、金属材料の表面に形成された乾燥皮膜が工具入口に導入される時にそぎ落とされやすくなり、潤滑性が低下する。

【0017】また、水溶性無機塩と固体潤滑剤の合計量に対する油成分の重量比( $C/(A+B)$ )は $0.05/1\sim 1/1$ であることが必要であり、 $0.1/1\sim 0.8/1$ であることが好ましい。該重量比が $0.05/1$ 未満であると、油成分が乾燥時に皮膜の表面にブリードする作用が低下し、固体潤滑剤の付着ムラが発生し耐焼き付き性が低下している部分の潤滑性をブリードした油分がカバーするという本水系潤滑剤の主たる効果が著しく損なわれる。また、該重量比が $1/1$ を超えると皮膜表面への油分のブリード性には問題がないものの、得

られる皮膜が硬い固体状皮膜にならないため潤滑剤導入量が低下し潤滑性が低下する。

【0018】本発明の水系潤滑剤中の(D)成分である界面活性剤の使用量は、油成分を水中に均一に乳化させると共に、固体潤滑剤を水中に均一に分散させるという機能を達成し得る最低量以上である限り、特に制限はないが、多すぎると泡が立ちやすくなり、また経済的でなく、通常水系潤滑剤中0.2～5重量%の濃度であることが好ましい。本発明の水系潤滑剤中の固形分〔A+B+C+D+任意固形分(=前述の油性向上剤等の任意添加成分の固形分)とする〕濃度については、特に制限はないが、調製、流通、保存時においては20～45重量%程度であることが好ましく、使用時には5～45重量%程度であることが好ましい。

【0019】本発明の水系潤滑剤の製造方法については特に制限はなく、製造された水系潤滑剤が上述の条件を満足していれば良いが、一般に、(A)水溶性無機塩を水に溶解した後(B)固体潤滑剤を均一に分散させた液に、(C)油成分を(D)界面活性剤で水に均一に乳化させた液を加えて、系中で、固体潤滑剤が均一に分散し、油成分が均一に乳化するように、攪拌することにより製造するのが好ましい。固体潤滑剤の分散、油成分の乳化および最終攪拌に際しては、ホモジナイザーを用いて強攪拌するのが、均一で微細な乳化、分散液を得るために好ましい。本発明の水系潤滑剤は、金属材料の種類、冷間塑性加工の種類、金属材料の加工度等に応じ、使用時水で希釈することができる。希釈して得られる水系潤滑剤も本発明の範囲内に入る。

【0020】本発明の水系潤滑剤は、鉄鋼、チタンもしくはチタン合金、銅もしくは銅合金、アルミニウムもしくはアルミニウム合金等の金属よりなる管材、線材、棒材等の材料を冷間塑性加工(伸管、伸線、鍛造等)する際に使用する潤滑剤として用いることができ、特に鋼管を引抜き加工する際に使用する潤滑剤として用いることができる。本発明の水系潤滑剤を塗布するに先立って、加工する金属材料を脱脂(通常アルカリ脱脂剤を使用する)、水洗、酸洗(金属材料の酸化スケールを除去し、皮膜の密着性を高めるために塩酸等を用いて行う)、水洗の順に前処理することが好結果を得るために好ましい。酸化スケールが付着していない場合、酸洗→水洗は不要である。これらの前処理は常法により行えば良い。

【0021】本発明の水系潤滑剤は、浸漬、流しかけ等の方法により加工する金属材料に塗布する。塗布時の水系潤滑剤の温度は、特に制限ないが、常温～90℃が適当であり、浸漬の際の時間は、特に制限ないが、金属材料の温度が液温と同等になるまで、例えば通常5分～10分程度が適当である。塗布後液切りを行った後に、乾燥炉等で、特に制限ないが、通常60～150℃で塗膜を乾燥し、乾燥皮膜とする。乾燥皮膜の厚さは、金属材料の加工形態、加工度、表面粗さ等によって最適値が異

なるが、一般に1～50g/m<sup>2</sup>、好ましくは5～40g/m<sup>2</sup>である。乾燥皮膜の厚さが薄すぎる場合には、工具と金属材料との接触がきつくなり焼付きを起こしやすくなり、厚すぎる場合には、乾燥皮膜の大部分が加工面に引き込まれず排除されるため水系潤滑剤のロスが大きくなる。

【0022】本発明の水系潤滑剤を用いた場合の金属材料の塑性加工は通常行われている方法によって行えば良い。金属材料の塑性加工に際し、本発明の水系潤滑剤を用いる場合には、塑性加工後の残存皮膜の剥離が容易である。塑性加工により成形を行う場合には、通常潤滑処理と塑性加工とを繰り返すことにより、徐々に目的とする製品形状を作り出す工法がとられているが、この際に加工硬化した金属材料をそのまま次の塑性加工工程に移すと加工荷重が高く成形しづらいため、金属材料の軟化を目的とした焼鈍が行われる。焼鈍時に皮膜が残存していると、潤滑剤中の成分により、金属材料の浸炭、浸硫、浸りん等が発生し、金属材料そのものの耐食性や機械的強度を損なう場合があり好ましくない。また、塑性加工後再度潤滑処理を行う際には、前の潤滑皮膜が残存すると、新たに形成した皮膜の密着性が劣るため好ましくない。したがって、通常塑性加工後残存皮膜を除去するが、従来の化成皮膜処理と反応型石けん処理とを組み合わせた潤滑システムでは残存皮膜の除去に少なくともアルカリ脱脂処理と酸洗(塩酸酸洗や硫酸酸洗)処理とを要していた。これに対し本発明の水系潤滑剤を用いる場合には残存皮膜の除去は通常アルカリ脱脂剤のみで行うことができる。かかるアルカリ脱脂剤としては通常用いられる、例えば、りん酸ナトリウム、珪酸ナトリウム、界面活性剤等を含有するものを用いれば良く、具体的には例えば日本パーカライジング(株)製のファインクリーナー4360等を用いることができる。

【0023】本発明の水系潤滑剤の作用については、必ずしも明確ではないが、本発明の水系潤滑剤を金属材料に塗布し、加熱乾燥して乾燥皮膜とする際に、油成分がエマルジョンとして皮膜の外周部分にブリードし、ブリードした油成分が乾燥皮膜の付着の少ない部分の潤滑性をカバーするものと解される。すなわち、このような潤滑補助物質を水系潤滑剤の1成分として含有させ、乾燥工程で皮膜の外周部分にブリードさせることにより、ダイス、プラグ、パンチ等の工具と加工材料との摩擦が低減され、焼付き現象が著しく低減されるものと解される。また、冷間塑性加工後の残存皮膜の剥離が容易な理由も必ずしも明確でないが、水溶性無機塩からなる皮膜がアルカリ脱脂剤で容易に剥離するため、これに付着していた固体潤滑剤および油成分も一緒に除去されるものと解される。

【0024】

【実施例】本発明による水系潤滑剤を、下記実施例により具体的に説明する。



## 実施例1～16

## 水系潤滑剤の調製、塗布および鋼管引抜き試験

表1に示す組成で潤滑剤を調製した。調製は水溶性無機塩を水に溶解した後、固体潤滑剤を均一に分散させた液に、油成分を界面活性剤で均一に乳化させた液を加えて、系中で、固体潤滑剤が均一に分散し、油成分が均一に乳化するように攪拌することにより行った。これらの分散、乳化はホモジナイザーを用いて行った。水系潤滑剤の調製に使用した原料は、水溶性無機塩においてはいずれも試薬1級とし、ステアリン酸カルシウムは固形分30%の水への分散液を、PTFEは固形分60%の水への分散液を、マシン油は40℃の粘度が46mm<sup>2</sup>/sのものを、パーム油は50℃の粘度が28mm<sup>2</sup>/sの精製パーム油を、エステル油は50℃の粘度が64mm<sup>2</sup>/sの、トリメチロールプロパンとラウリン酸と、オレイン酸のダイマーとの縮合エステルを使用した。また、界面活性剤は、ポリオキシエチレンアルキルエーテルを使用し、添加量は潤滑剤全量の1重量%とした。

【0025】について調製した水系潤滑剤を炭素鋼鋼管もしくはステンレス鋼鋼管に塗布、乾燥し、得られる乾燥皮膜を有する鋼管を引抜き試験に付し、管内面および外面の傷の発生状況と加工後の残存皮膜の脱膜性から水系潤滑剤の性能を評価した。引抜き材料は、炭素鋼鋼管においては外径25.4mm、肉厚3.0mmのSTKM13A材を使用し、ステンレス鋼鋼管においては外径25.0mm、肉厚2.5mmのSUS304材を使用した。

【0026】水系潤滑剤の塗布に先立って、これらの鋼管を以下の前工程に付した。炭素鋼鋼管は(1)～(4)の工程に順に付し、ステンレス鋼鋼管は(1)および(2)の工程に順に付した。

(1) 脱脂 アルカリ脱脂剤：日本パーカライジング(株)製ファインクリーナー4360、濃度：20g/L、温度：60℃、浸漬時間：10分

(2) 水洗 常温の水道水に浸漬

(3) 酸洗 工業用塩酸、濃度：17.5重量%、温度：常温、浸漬時間：10分

(4) 水洗 常温の水道水に浸漬

水系潤滑剤の塗布は、処理液温度を50℃とし浸漬により行った。処理後の乾燥は、トンネル形状の乾燥箱中に処理材を置き、灯油を熱源としたジェットヒーターを用い、100～120℃の温度で1時間行った。

【0027】引抜き試験はチェーン式10トンドローベンチを用いて、超硬工具からなるダイス〔富士ダイス(株)製超硬ダイス(KD型)〕およびプラグ〔富士ダイス(株)製超硬プラグ(MB型)〕を使用し、引抜き速度17m/分で行った。STKM13A材の減面率(=断面減少率)は46%(引抜き後の外径20mm、肉厚2mm)、SUS304材の減面率は43%(引抜き後の外径20mm、肉厚1.75mm)とした。な

お、減面率は加工前の断面積をA<sub>0</sub>、加工後の断面積をA<sub>1</sub>とすると

$$\text{減面率}(\%) = (A_0 - A_1) / A_0 \times 100$$

で表わされる。

【0028】管の内面および外面の傷の発生状況は成形管を目視で観察し、以下に示す4段階で評価した。

◎：傷の発生が皆無で、仕上がりのムラも認められないもの

○：傷の発生はないが、仕上がりのムラの認められるもの

△：わずかではあるが傷が認められるもの

×：明らかに傷の発生が認められるもの

なお、上記評価において、傷とは管の内面もしくは外面に見られる筋上の焼付き傷を意味し、仕上がりのムラとは引抜き後の面に、光沢部分となし地部分が混在し、光沢の違いが出ている状態を意味する。

【0029】加工後の残存皮膜の脱膜性試験はアルカリ脱脂剤(日本パーカライジング(株)製ファインクリーナー4360；濃度20g/L)を用いて行った(温度60℃)が、その評価はアルカリ脱脂後の管の目視観察により以下の4段階で表した。

◎：浸漬5分で皮膜の残存が確認できなくなるもの

○：浸漬10分で皮膜の残存が確認できなくなるもの

△：浸漬10分でも皮膜が残存するもの

×：浸漬20分でも皮膜が残存するもの

引抜き試験の結果も表1に示す。

## 【0030】比較例1～10

表2に示す組成とする以外は実施例1～16と同様にして水系潤滑剤を調製し、実施例1～16と同様にして試験を行った。結果も表2に示す。本発明の範囲外ではいずれも引抜き試験後の管の外面や内面に傷が発生したり、加工後の残存皮膜のアルカリ脱脂性が問題となっている。

## 【0031】比較例11および12

実施例1～16で用いたと同種の鋼管を表2に示す条件で化成処理および反応型石けん潤滑処理に付した。得られた潤滑処理鋼管を実施例1～16と同様な引抜き試験に供した。結果も表2に示す。傷の発生、仕上がりムラは生じなかったが、引抜き加工後の残存皮膜の脱離性が悪かった。

## 【0032】実施例17～19

## 水系潤滑剤の調製、塗布および鍛造試験

表3に示す組成とする以外は実施例1～16と同様にして水系潤滑剤を調製し、得られた水系潤滑剤を炭素鋼に塗布、乾燥し、得られる乾燥皮膜を有する炭素鋼を後方せん孔試験に付し、良好せん孔深さから水系潤滑剤の性能を評価した。後方せん孔試験に供した材料は市販の炭素鋼S45C焼準材(硬さ：Hv180程度)であり、試験片の形状は、直径を30mmφ一定とし、高さを16～40mmまで2mmピッチで変えたものである(1



3水準)。水系潤滑剤の塗布は浸漬により、水系潤滑剤温度80℃で行った。塗布液の乾燥は、熱風循環式乾燥炉を用い、90～100℃で1時間行った。

【0033】後方せん孔試験は、200トンクランクプレスを用い、金型にセットし外周部を拘束した円形状試験片の上方からパンチを打ち付け、カップ状の成型物を得る方法により行った。試験片底部の残し代が10mm一定となるようプレス機の不死点を調整し、試験片高さにより加工部分の表面拡大比が高くなる（より深い孔になる）よう設定し、焼付きを起こさずに加工できた孔の深さ（良好せん孔深さ）から、水系潤滑剤の性能を評価

した。

金型 : 材質SKD11、試験片挿入部分の直径30.4mm

パンチ : 材質SKH53、ランド径21.21mm

減面率 : 50%

加工速度: 30ストローク/分

後方せん孔試験の図を図1に示す。後方せん孔試験の結果も表3に示す。

【0034】

【表1】

表1 実施例その評価結果

| 実施例の番号 | 潤滑剤の組成 (wt%) |      |             |      |                 |      |                      |       | 配合比    |          | 乾燥皮膜重量<br>(g/m <sup>2</sup> ) | 引抜き試験方法 |            | 引抜き試験結果 |    |           |
|--------|--------------|------|-------------|------|-----------------|------|----------------------|-------|--------|----------|-------------------------------|---------|------------|---------|----|-----------|
|        | (A) 水溶性無機塩   |      | (B) 固体潤滑剤   |      | (C) 鉱油・動植物油・合成油 |      | (D) 活性剤              | (E) 水 | B<br>A | C<br>A+B |                               | 加工材質    | 減面率<br>(%) | 管の状況    |    | 加工後の皮膜剥離性 |
|        | 名称           | 添加量  | 名称          | 添加量  | 名称              | 添加量  | 添加量                  | 添加量   |        |          |                               |         |            | 外周      | 内周 |           |
|        |              |      |             |      |                 |      |                      |       |        |          |                               |         |            |         |    |           |
| 1      | 硼砂           | 10.0 | ステアリン酸カルシウム | 10.0 | パーム油            | 5.0  | ポリオキシエチレンアルキルエーテル 1% | 炭素    | 1.00   | 0.25     | 23.8                          | STKM13A | 46.0       | ◎       | ◎  | ◎         |
| 2      | ↑            | 20.0 | ↑           | 10.0 | エチル油            | 10.0 |                      |       | 0.50   | 0.33     | 34.0                          | ↑       | ↑          | ◎       | ◎  | ◎         |
| 3      | 四枚炭酸カルシウム    | 10.0 | ↑           | 5.0  | パーム油            | 5.0  |                      |       | 0.50   | 0.33     | 10.8                          | ↑       | ↑          | ◎       | ◎  | ◎         |
| 4      | ↑            | 15.0 | 雲母          | 7.0  | ↑               | 10.0 |                      |       | 0.47   | 0.45     | 18.1                          | ↑       | ↑          | ○       | ○  | ◎         |
| 5      | 硫酸ソーダ        | 12.0 | ステアリン酸カルシウム | 12.0 | ワッ油             | 8.0  |                      |       | 1.00   | 0.25     | 21.7                          | ↑       | ↑          | ○       | ○  | ◎         |
| 6      | ↑            | 15.0 | ↑           | 15.0 | エチル油            | 5.0  |                      |       | 1.00   | 0.17     | 29.9                          | ↑       | ↑          | ◎       | ○  | ◎         |
| 7      | 硼砂           | 10.0 | ↑           | 10.0 | ↑               | 5.0  |                      |       | 1.00   | 0.25     | 15.0                          | SUS304  | 43.0       | ◎       | ◎  | ◎         |
| 8      | ↑            | 20.0 | 雲母          | 7.0  | ↑               | 15.0 |                      |       | 0.35   | 0.56     | 32.3                          | ↑       | ↑          | ○       | ○  | ◎         |
| 9      | 四枚炭酸カルシウム    | 10.0 | ステアリン酸カルシウム | 2.0  | ↑               | 5.0  |                      |       | 0.20   | 0.42     | 8.6                           | ↑       | ↑          | ○       | ○  | ◎         |
| 10     | ↑            | 10.0 | ↑           | 15.0 | ↑               | 5.0  |                      |       | 1.50   | 0.20     | 18.8                          | ↑       | ↑          | ◎       | ◎  | ◎         |
| 11     | ↑            | 10.0 | ↑           | 5.0  | パーム油            | 12.0 |                      |       | 0.50   | 0.80     | 21.2                          | ↑       | ↑          | ◎       | ◎  | ◎         |
| 12     | ↑            | 15.0 | ↑           | 5.0  | ↑               | 15.0 |                      |       | 0.33   | 0.75     | 24.5                          | ↑       | ↑          | ◎       | ◎  | ◎         |
| 13     | ↑            | 15.0 | PTFE        | 1.0  | エチル油            | 5.0  |                      |       | 0.07   | 0.31     | 16.7                          | ↑       | ↑          | ○       | ○  | ○         |
| 14     | ↑            | 15.0 | 雲母          | 7.0  | ↑               | 15.0 |                      |       | 0.47   | 0.68     | 24.8                          | ↑       | ↑          | ○       | ○  | ◎         |
| 15     | 硫酸ソーダ        | 12.0 | ステアリン酸カルシウム | 12.0 | ↑               | 5.0  |                      |       | 1.00   | 0.21     | 20.1                          | ↑       | ↑          | ◎       | ○  | ◎         |
| 16     | ↑            | 15.0 | ↑           | 10.0 | ワッ油             | 5.0  |                      |       | 0.67   | 0.20     | 19.9                          | ↑       | ↑          | ○       | ○  | ◎         |

【0035】

【表2】

表2 比較例その評価結果

| 比較例の番号 | 潤滑剤の組成 (wt%)  |      |              |      |  |      |                     |          | 配合比                        |      | 乾膜皮膜重量<br>(g/m <sup>2</sup> ) | 引抜き試験方法   |            | 引抜き試験結果 |    |               |
|--------|---|------|--------------|------|--|------|---------------------|----------|----------------------------|------|-------------------------------|-----------|------------|---------|----|---------------|
|        | (A)<br>水溶性無機塩   |      | (B)<br>固体潤滑剤 |      | (C)<br>鉱油・<br>動植物油・合成油   |      | (D)<br>活性剤          | (E)<br>水 | B                          | C    |                               | 加工<br>材 質 | 減速率<br>(%) | 管の状況    |    | 加工後の皮膜<br>剥離性 |
|        | 名 称   | 添加量  | 名 称          | 添加量  | 名 称  | 添加量  | 添加量                 | 添加量      | A                          | A+B  |                               |           |            | 外面      | 内面 |               |
|        |   |      |              |      |  |      |                     |          |                            |      |                               |           |            |         |    |               |
| 1      | 硼砂  | 10.0 | ステアリン酸カルシウム  | 10.0 | ナ-ム油   | 0.5  | ポリオキシエチレンアルキルエーテル-% | 残部       | 1.00                       | 0.03 | 28.3                          | STEELISA  | 46.0       | △       | ○  | ◎             |
| 2      | ↑   | 20.0 | ↑            | 0.5  | ステア油   | 10.0 |                     |          | 0.03                       | 0.49 | 15.5                          | ↑         | ↑          | ×       | ×  | ◎             |
| 3      | 四砂酸カルシウム  | 10.0 | ↑            | 5.0  | ナ-ム油   | 0.5  |                     |          | 0.50                       | 0.03 | 10.2                          | ↑         | ↑          | △       | ○  | ◎             |
| 4      | 硫酸ソーダ   | 12.0 | ↑            | 12.0 | マソ油  | 30.0 |                     |          | 1.00                       | 1.25 | 35.1                          | ↑         | ↑          | △       | △  | ◎             |
| 5      | 硼砂  | 10.0 | ↑            | 25.0 | ↑  | 5.0  |                     |          | 2.50                       | 0.14 | 32.1                          | SUS304    | 43.0       | △       | △  | ◎             |
| 6      | 四砂酸カルシウム  | 10.0 | ステアリン酸カルシウム  | 2.0  | ↑  | 15.0 |                     |          | 0.20                       | 1.25 | 11.8                          | ↑         | ↑          | ○       | △  | ◎             |
| 7      | ↑   | 10.0 | PTFE         | 21.0 | ナ-ム油   | 5.0  |                     |          | 2.10                       | 0.08 | 29.5                          | ↑         | ↑          | ◎       | ◎  | ×             |
| 8      | ↑   | 15.0 | ステアリン酸カルシウム  | 0.5  | ステア油   | 5.0  |                     |          | 0.03                       | 0.32 | 15.8                          | ↑         | ↑          | ×       | ×  | ◎             |
| 9      | ↑   | 10.0 | 雲母           | 21.0 | ↑  | 5.0  |                     |          | 2.10                       | 0.08 | 19.4                          | ↑         | ↑          | ○       | ○  | △             |
| 10     | 硫酸ソーダ   | 12.0 | ステアリン酸カルシウム  | 12.0 | ↑  | 1.0  |                     |          | 1.00                       | 0.04 | 22.7                          | ↑         | ↑          | ○       | △  | ◎             |
| 11     | りん酸亜鉛皮膜処理<br>日本パーカライジング鋼製<br>パルボンド181X (濃度: 90g/L)<br>処理条件: 浸漬 80℃、10分                |      |              |      | 反応型石けん潤滑処理<br>日本パーカライジング鋼製<br>パループ235 (濃度: 70g/L)<br>処理条件: 浸漬 80℃、5分 |      |                     |          | 化成皮膜重量<br>金属石けん量<br>潤滑石けん量 |      | 8.2<br>8.5<br>3.7             | STEELISA  | 46.0       | ◎       | ◎  | ×             |
| 12     | しゅう酸塩皮膜処理<br>日本パーカライジング鋼製<br>フェルボンドA (濃度: 1号剤 35g/L<br>2号剤 17g/L)<br>処理条件: 浸漬 95℃、10分 |      |              |      | 反応型石けん潤滑処理<br>日本パーカライジング鋼製<br>パループ235 (濃度: 70g/L)<br>処理条件: 浸漬 80℃、2分 |      |                     |          | 化成皮膜重量<br>金属石けん量<br>潤滑石けん量 |      | 6.2<br>3.0<br>1.5             | SUS304    | 43.0       | ◎       | ◎  | ×             |

【0036】

【表3】

表3 製造試験の実施例とその評価結果

| 実施例の番号 | 潤滑剤の組成 (wt%) |      |             |      |                 |      |                   |       | 配合比  |      | 乾燥皮膜重量<br>(g/m <sup>2</sup> ) | せん孔試験<br>良好せん孔深さ<br>(mm) |
|--------|--------------|------|-------------|------|-----------------|------|-------------------|-------|------|------|-------------------------------|--------------------------|
|        | (A) 水溶性無機塩   |      | (B) 固体潤滑剤   |      | (C) 鉱油・動植物油・合成油 |      | (D) 活性剤           | (E) 水 | B    | C    |                               |                          |
|        | 名称           | 添加量  | 名称          | 添加量  | 名称              | 添加量  | 添加量               | 添加量   | A    | A+B  |                               |                          |
|        |              |      |             |      |                 |      |                   |       |      |      |                               |                          |
| 17     | 四砂酸カルシウム     | 10.0 | ステアリン酸カルシウム | 5.0  | ナ-ム油            | 5.0  | ポリオキシエチレンアルキルエーテル | 残部    | 0.50 | 0.33 | 14.8                          | 44                       |
| 18     | ↑            | 20.0 | ステアリン酸カルシウム | 5.0  | ステア油            | 10.0 |                   |       | 0.25 | 0.40 | 22.6                          | 48                       |
| 19     | 硼砂           | 15.0 | ステアリン酸亜鉛    | 10.0 | ナ-ム油            | 10.0 | 1%                |       | 0.67 | 0.40 | 30.4                          | 52                       |

【0037】

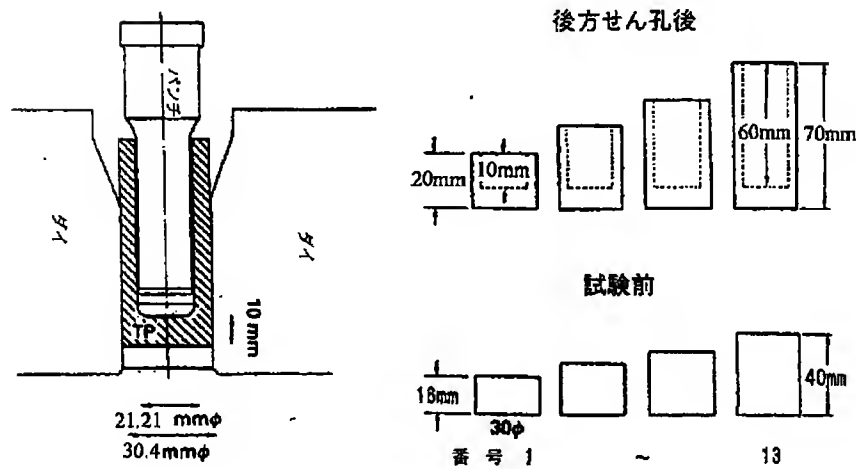
【発明の効果】本発明の水系潤滑剤を用いる場合には、金属材料の冷間塑性加工において、従来の化成皮膜／反応型石けん処理と同等の潤滑性を1工程で達成できると共に、作業環境、処理液管理、廃棄物等の問題点を大きく改善することができる。本発明の水系潤滑剤を用いて

金属材料の冷間塑性加工を行う場合には、さらに、加工後の残存皮膜の除去が化成皮膜／反応型石けん処理に比し容易である。

【図面の簡単な説明】

【図1】水系潤滑剤を用いて行った炭素鋼の後方せん孔試験の概要を示す。

【図1】

鍛造用潤滑剤の評価方法（後方せん孔試験）の概要

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 1 0 M 105:24  
101:04  
101:02  
145:28)

(C 1 0 M 173/02  
103:06  
105:24  
105:38  
145:28)

C 1 0 N 10:02  
10:04  
30:06  
40:24

50:02

(72)発明者 小山 隆

東京都中央区日本橋一丁目15番1号 日本  
パーカライジング株式会社内